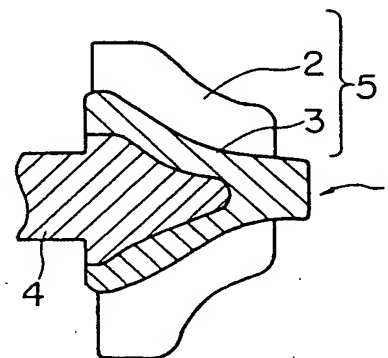


(54) MULTILAYER CERAMIC ROTOR MOLDED BODY AND ITS MANUFACTURE

(11) 3-5373 (A) (43) 11.1.1991 (19) JP
 (21) Appl. No. 64-135373 (22) 29.5.1989
 (71) HONDA MOTOR CO LTD (72) MASAHIRO OTA(7)
 (51) Int. Cl.⁵ C04B35/58

PURPOSE: To improve the strength of the multilayer ceramic rotor by molding a multilayer ceramic rotor constructed from an axial part constituted of Si_3N_4 -series ceramics including specified wt. ratio of Y_2O_3 and Al_2O_3 and an outer layer part in which the shape of a part of ceramic components is regulated to the fibrous one.

CONSTITUTION: By a slip casting method, a primary slip constituted of, by weight, 2 to 10% Y_2O_3 , 0.2 to 5% Al_2O_3 (the shape of a part thereof is regulated to fibrous one of 50 to 500 μm) and the balance substantial Si_3N_4 is poured into a gypsum mold and, at the time when the considerable parts of an outer layer part 5 is solidified, the primary slip in which the hollow part still lies in the flowing state is discharged. Next, into a central recessed part formed into the shape corresponding to an axial part 4, secondary slip constituted of 2 to 10% Y_2O_3 , 0.5 to 10% Al_2O_3 and the balance Si_3N_4 , and in which A/B, the weight ratio of $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ in the outer layer part and the axial part is regulated to ≥ 1.0 is poured and is solidified to form the axial part 4. In such a manner, a multilayer molded body of which the outer layer parts and axes are joined is sintered by an ordinary method, by which the multilayer ceramic rotor where the outer layer part 5 and the axial part 4 are integrated can be obt'd.



(54) SILICON NITRIDE-SILICON CARBIDE COMBINED SINTERED BODY AND ITS PRODUCTION

(11) 3-5374 (A) (43) 11.1.1991 (19) JP
 (21) Appl. No. 64-137486 (22) 1.6.1989
 (71) MITSUBISHI GAS CHEM CO INC (72) HIROMASA ISAKI(2)
 (51) Int. Cl.⁵ C04B35/58

PURPOSE: To improve the fracture toughness of the sintered body by mixing the combined powder of amorphous Si_3N_4 -SiC or a mixed powder of SiC and Si_3N_4 with SiC grains and/or SiC whiskers and a sintering assistant, forming the mixture and sintering the formed product.

CONSTITUTION: The matrix phase of Si_3N_4 -SiC combined powder in which SiC grains having $\leq 1\mu\text{m}$ average diameter are present at the grain boundary of the Si_3N_4 grains having $\leq 2\mu\text{m}$ average diameter and exhibiting a microstructure in which the SiC grain having several to several hundred nm diameter are dispersed in the Si_3N_4 grains, 5-40vol.% of the dispersed phase of the SiC grains having 2-50 μm average diameter and/or the SiC whiskers having 0.05-10 μm minor axis and 5-300 aspect ratio, 0.1-30wt.% of a sintering assistant such as MgO and Al_2O_3 , a binder, etc., are mixed, and the mixture is formed. The formed product is then sintered at 1500-2300°C in a liq. phase by atmospheric sintering, gas-pressure sintering, etc., and an Si_3N_4 -SiC combined sintered body having high fracture toughness and high-temp. strength is obtained.

(54) PRODUCTION OF ALUMINUM NITRIDE SINTERED COMPACT

(11) 3-5375 (A) (43) 11.1.1991 (19) JP
 (21) Appl. No. 64-139584 (22) 31.5.1989
 (71) TOSHIBA CORP (72) SEIJI KATSUBE(3)
 (51) Int. Cl.⁵ C04B35/58

PURPOSE: To obtain a sintered compact having high thermal conductivity independently of the presence/absence of sintering auxiliaries and the purity of AlN material by adding specific amounts of amorphous carbon to AlN powder, compacting the resulting mixture, and subjecting the resulting green compact to deoxidation treatment at a specific temp. in a nonoxidizing atmosphere and then to sintering.

CONSTITUTION: A powdery raw material prepared by adding 0.1-3.0wt.% amorphous carbon to AlN powder is compacted into the prescribed shape. The resulting green compact is subjected to deoxidation treatment at 1500-1700°C in a nonoxidizing atmosphere and then to sintering at 1700-2200°C. By this method, an AlN sintered compact having high thermal conductivity is obtained independently of the kind of the powdery AlN raw material to be used, in particular, and the presence/absence of sintering auxiliaries.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-5375

⑬ Int. Cl.⁵
C 04 B 35/58

識別記号
1 0 4 H
U

庁内整理番号
7412-4G
7412-4G

⑭ 公開 平成3年(1991)1月11日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウム焼結体の製造方法

⑯ 特 願 平1-139584

⑰ 出 願 平1(1989)5月31日

⑱ 発 明 者 勝 部 成 二 神奈川県横浜市鶴見区末広町2-4 株式会社東芝京浜事業所内
⑱ 発 明 者 高 田 直 弘 神奈川県横浜市鶴見区末広町2-4 株式会社東芝京浜事業所内
⑱ 発 明 者 梶 間 繁 貴 神奈川県横浜市鶴見区末広町2-4 株式会社東芝京浜事業所内
⑱ 発 明 者 小 松 通 泰 神奈川県横浜市鶴見区末広町2-4 株式会社東芝京浜事業所内
⑲ 出 願 人 株式会社東芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
⑳ 代 理 人 弁理士 須山 佐一

明 細 書

1. 発明の名称

窒化アルミニウム焼結体の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 窒化アルミニウム粉末に対して少なくとも非品質炭素を0.1～3.0重量%の範囲で添加した原料粉末を所要形状に成形する工程と、

得られる成形体に非酸化性雰囲気中にて1500～1700℃の温度で脱炭素処理を施した後、1700～

2200℃の温度で焼結させる工程と

を有することを特徴とする窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

(産業上の利用分野)

本発明は、熱伝導性に優れた窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。

(従来の技術)

窒化アルミニウムを主成分とするセラミックス焼結体は、熱伝導率が酸化アルミニウム焼結体

の5倍～10倍と高く放熱性に優れ、高電気絶性、低誘電率を示し、また耐食性や耐熱衝撃性に優れるなど、各種の優れた特性を有していることから、各種電子・電気部品用材料や構造材料として注目を集めている。

特に、放熱性に優れるとともに、熱膨張率がシリコン単結晶に近似していることから、放熱性が不十分なアルミナ焼結体や、毒性があるために取扱いが複雑なベリリア焼結体に代る半導体素子用絶縁基板として期待されている。

ところで、このような窒化アルミニウム焼結体は、通常アルカリ土類金属や希土類金属の化合物である焼結助剤を適量添加し、これに有機バインダをさらに加えて所要形状の成形体を作製し、この成形体に脱脂処理を施した後、常圧近傍の非酸化性雰囲気中で焼結させることによって作製している。

(発明が解決しようとする課題)

上述したような窒化アルミニウム焼結体は、半導体基板としての需要が年々増加しており、よ

りコストダウンを図ることが望まれている。

このため、窒化アルミニウム原料、焼結助剤、処理方法など、あらゆる点からコストダウンの可能性が検討されている。

まず考えられるのは、安価な窒化アルミニウム原料を用いること、および比較的高価な焼結助剤の添加を省くことである。

しかしながら、焼結助剤を添加せずに焼成を行うと、窒化アルミニウム焼結体中に酸素が残存し、熱伝導率および緻密性の低下を生じさせることになる。

また、コストダウンと同時に、窒化アルミニウムの有する高い熱伝導率を生かすことが必要であり、焼結助剤を添加せずに高い熱伝導率を得るためには、窒化アルミニウム原料として、酸素など不純物の含有量が少ない高純度の原料を用いなければならない。

しかし、高純度の原料は当然のことながら高価であり、コストダウンという目的を達成する妨げとなる。

なくとも高熱伝導率の窒化アルミニウム焼結体を得ることができる。

なお、焼結助剤は、本発明の非晶質炭素と併用しても差支えない。

窒化アルミニウム粉末に添加する非晶質炭素は窒化アルミニウム粉末に対して0.1～3.0重量%であることが好ましく、より好ましいのは0.5～1.5重量%である。

なぜ非晶質炭素を用いているかといえば、結晶質炭素は融点が高く、脱脂、焼成工程で揮散せず、焼結体中に残留して除去することが困難であるためである。

このような非晶質炭素の添加量は、0.1重量%以下では高熱伝導率化が達成できず、3.0重量%を超えると焼結体中に非晶質炭素が残存して特性値を低下させるため、上述した範囲内で添加することが好ましい。

そして、非晶質炭素の添加量は、用いる窒化アルミニウム原料粉末の酸素含有量に応じて、適宜調整する。

したがって、コストダウンと熱伝導率の向上をいかに平行して図るかということが課題となっている。

本発明はこのような課題を解決するためになされたもので、焼結助剤の有無、ならびに、窒化アルミニウム原料の純度にかかわらず、高熱伝導率を有する窒化アルミニウム焼結体を得ることのできる、窒化アルミニウム焼結体の製造方法を提供することを目的とする。

〔発明の構成〕

（課題を解決するための手段）

本発明の窒化アルミニウム焼結体の製造方法は、窒化アルミニウム粉末に対して少なくとも非晶質炭素を0.1～3.0重量%の範囲で添加した原料粉末を所要形状に成形する工程と、得られる成形体に非酸化性雰囲気中にて1500～1700℃の温度で脱酸素処理を施した後、1700～2200℃の温度で焼結させる工程とを有することを特徴としている。

本発明において、用いる窒化アルミニウム原料粉末に特に限定はなく、また、焼結助剤を使用し

非晶質炭素源としては、木炭、獣炭、コークスなどのほかフェノール樹脂のように加熱によって非晶質炭素となるものを用いることもできる。

この原料粉末に、必要に応じて有機系バインダを加え、ドクターブレード法、プレス成形法、鋳込み成形法、射出成形法、押出し成形法などの通常の成形法によって所要形状の成形体を作製する。

そして、得られた成形体を脱脂した後、非酸化性雰囲気中にて1500～1700℃の温度で脱酸素処理する。

非酸化性雰囲気としては、窒素、アルゴンなどが挙げられ、1500～1700℃の温度で0.5～2時間程度保持する。

脱酸素処理を施した後、上述したような非酸化性雰囲気中で、さらに、1700～2200℃の温度で1～48時間程度焼結する。

これによって、熱伝導率がほぼ100W/m・k以上の窒化アルミニウム焼結体を得ることができる。

（作用）

窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率は酸素の

含有量によって左右される。窒化アルミニウム粒子の表面および内部に酸素原子が多く存在すると、フォノンの散乱によって熱伝導率が低下する。

したがって、熱伝導率を向上させるためには、窒化アルミニウム焼結体中の酸素をできるだけ除去することが有効であり、このため、本発明においては、窒化アルミニウム粉末に非晶質炭素を添加しているのである。

この非晶質炭素は、加熱によって窒化アルミニウム粒子中の酸素原子と結合し、一酸化炭素または二酸化炭素となって揮散する。

これによって、窒化アルミニウム焼結体中の含有酸素量を減少させることができ、焼結助剤を添加しない場合、あるいは窒化アルミニウム原料粉末として純度の低いものを使用する場合においても、高い熱伝導率を有する窒化アルミニウム焼結体を作製することができる。

(実施例)

次に、本発明の実施例について説明する。

実施例 1

実施例 2

酸素を 1.0 重量% 含有する窒化アルミニウム粉末に、カーボンブラックを、窒化アルミニウム粉末に対して 0.55 重量% 添加した。

さらに、この原料粉末に適量の有機バインダと分散媒とを加えて混練した後、ドクターブレード法でシート状の成形体を作製した。

この成形体に対して空气中、550℃、2時間の条件で脱脂処理を施した。

次に、この脱脂体を窒素雰囲気中、1600℃で45分間加熱し、脱酸素処理した。

続いて、5気圧の窒素雰囲気中で、2000℃、6時間の焼成を行い、窒化アルミニウム焼結体を作製した。

こうして作製した窒化アルミニウム焼結体について、実施例 1 と同一条件で熱伝導率を測定したところ、130～145V/cm・k であり、3点曲げ強度試験の結果は、常温において34.8kgf/cm²であった。

また、窒化アルミニウム焼結体の表面粗さは Ra

酸素を 0.8 重量% 含有する窒化アルミニウム粉末に、カーボンブラック（非晶質）を、窒化アルミニウム粉末に対して 0.5 重量% 添加した。

さらに、この原料粉末に適量の有機バインダと分散媒とを加えて混練した後、ドクターブレード法でシート状の成形体を作製した。

この成形体に対して空气中、550℃、2時間の条件で脱脂処理を施した。

次に、この脱脂体を窒素雰囲気中、1600℃で45分間加熱し、脱酸素処理した。

続いて、窒素雰囲気中で、2000℃、6時間の焼成を行い、窒化アルミニウム焼結体を作製した。

こうして作製した窒化アルミニウム焼結体について、レーザブラッシュ法により熱伝導率を測定したところ、130～150V/cm・k であり、3点曲げ強度試験の結果は、常温において35.5kgf/cm²であった。

また、焼結助剤を添加していないため、液相のしみ出しもなく、窒化アルミニウム焼結体の表面粗さは Ra 0.3μm と極めて良好であった。

0.3μm であった。

実施例 3

酸素を 1.3 重量% 含有する窒化アルミニウム粉末に、カーボンブラックを、窒化アルミニウム粉末に対して 1.0 重量% 添加した。

さらに、この原料粉末に適量の焼結助剤と有機バインダと分散媒とを加えて混練した後、ドクターブレード法でシート状の成形体を作製した。

この成形体に対して空气中、550℃、2時間の条件で脱脂処理を施した。

次に、この脱脂体を窒素雰囲気中、1600℃で45分間加熱し、脱酸素処理した。

続いて、5気圧の窒素雰囲気中で、2000℃、6時間の焼成を行い、窒化アルミニウム焼結体を作製した。

こうして作製した窒化アルミニウム焼結体について、実施例 1 と同一条件で熱伝導率を測定したところ、120～140V/cm・k であり、3点曲げ強度試験の結果は、常温において36kgf/cm²であった。

なお、この実施例においては、焼結助剤を添加

しているため、窒化アルミニウム焼結体表面にし
みだした液相成分が認められ、窒化アルミニウム
焼結体の表面粗さはRa 0.4と焼結体助剤を添加し
ない場合に比べて低下していたが、緻密度に関し
ては優れていた。

これらの結果から明らかなように、窒化アルミ
ニウム粉末に非晶質炭素を添加することによって
窒化アルミニウム焼結体中の炭素を除去すること
ができ、焼結助剤の有無、窒化アルミニウム原料
粉末の純度にかかわらず、高熱伝導率の窒化アル
ミニウム焼結体を作製することができた。

さらに、焼結助剤を使用せず、非晶質炭素のみ
を添加して焼成した場合、液相のしみ出しのない
均一な表面精度を有する窒化アルミニウム焼結体
を得ることができ、作業性の向上にも寄与した。

〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明の窒化アルミニウ
ム焼結体の製造方法によれば、高価な焼結助剤や
高純度の原料粉末を使用しなくても、熱伝導率の
高い窒化アルミニウム焼結体を得ることができる。

したがって、優れた品質を維持したままコスト
ダウンを図ることができる。

出願人	株式会社 東芝
代理人 弁理士	須 山 佐 一